## **DELPHION**

Select CR

(Stop Tracking)

Log Out | Work Files | Saved Searches My Account



Search: Quick/Number Boolean Advanced Derwent

Help

# **Derwent Record**

Email this to a frience

View: Expand Details Go to: Delphion Integrated View

Tools: Add to Work File: Create new Work File

Add

Derwent Title:

Production of elastomeric radiation protective material comprises mixing of high atomic

weight metal powder with inorganic additive and incorporation into elastomer

Original Title:

DE19955192A1: Verfahren zur Herstellung eines Strahlungsschutzmaterials

Assignee:

ARNTZ BET-GMBH & CO KG Non-standard company

Inventor:

LANGE W;

<sup>♠</sup> Accession/

2001-452572 / 200329

Update: IPC Code:

G21F 1/10; G21K 1/10; B29B 7/88; C08J 3/20; C08K 3/08; C08K 3/10; C08K 9/02; G21F 3/02;

Derwent Classes:

A32; K07; A18; A26; A83;

Manual Codes:

A08-R05(Metal fillers and reinforcing agents), A11-C02A(Rubber vulcanisation), A12-W11C(Nuclear engineering), K07-A02(Shielding)

Derwent Abstract:

( DE19955192A) Novelty - A process for the production of a radiation protective material comprising a polymer of a thermoplastic, vulcanizable elastomer and more than 80 wt.% of a radiation absorbing filler of a high atomic number metal or its compounds, comprises mixing of the high atomic weight metal powder (20-120 micro m particle size) with an inorganic additive and incorporation into the elastomer at below 180 deg. C.

Detailed Description - A radiation protective material comprises a filled polymer of a synthetic, thermoplastic, vulcanizable elastomer such as natural rubber, polychloroprene, nitrile-butadiene, styrene butadiene, butadiene rubber, ethylene-propylene diene terpolymer, ethylene-propylene copolymer, polyurethane, isobutylene-isoprene rubber, silicon rubber and/or ethylene-vinyl acetate rubber or non-vulcanizable elastomers, preferably polypropylene/EPDM, styrene-ethylenebutylene-styrene, polyvinyl chloride-nitrile butadiene and/or ethylene-propylene copolymer and more than 80 wt.% of a radiation absorbing filler, with a powder of a high atomic number metal or its compound. Its production involves (A) mixing of the high atomic weight metal powder (20-120 mu m particle size) with magnesium-aluminum-silicate, zinc stearate, silicon resin powder, strontium carbonate, barium carbonate, barium sulfate,calcium-tungstate, gadolinium oxysulfide, tin oxide doped barium sulfate, zinc, antimony, lanthanides and/or actinides. (B) incorporating the mixed powder into the elastomer at below 180 deg. C (C) cooling and further homogenization of the mixture using cooled rollers (D) cutting of the mixture into strips and passing through a screen (5-1000 (especially 15-35) micro m) (E) forming of the mixture into film by conventional processes, optionally after addition and vulcanization of necessary cross-linking agents.

Use - The radiation protective material is useful for clothing and cladding in medical and technical applications.

Advantage - The material is light weight and flexible.

Dwg.0/0

Family:

PDF Patent Pub. Date Derwent Update Pages Language IPC Code

DE19955192A1 \* 2001-05-31

200149

G21F 1/10 German

Local appls.: DE1999001055192 Filed:1999-11-16 (99DE-1055192)

DE19955192C2 = 2003-04-17

200328

German

G21F 1/10

Local appls.: DE1999001055192 Filed:1999-11-16 (99DE-1055192)

△ US6548570 =

2003-04-15

200329

English

Local appls.: US2000000713219 Filed:2000-11-16 (2000US-0713219)

Show legal status actions

First Claim:
Show all claims

- 1. Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutzmaterials aus einem mit einem Füller versetzten Polymers, wobei als Polymer ein synthetisches, thermoplastisches, vulkanisierbares Elastomer wie Naturkautschuk (NR) und/oder Polychloropren (CR) und/oder Nitrilbutadien (NBR) und/oder Styrolbutadien Kautschuk (SBR) und/oder Butadien-Kautschuk (BR) und/oder Ethylen-Propylen-Terpolymerisat (EPDM) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder Polyurethan (PU) und/oder Isobutylen-Isopren-Kautschuk (CSM) und/oder Silikon-Kautschuk (VMO und MQ) und/oder Ethylen-Vinylacetat-Kautschuk (EVA) und/oder deren Verschnitte oder nicht vulkanisierbare Elastomere wie Polypropylen/EPDM (PP/EPDM) und/oder Styrol- Ethylen-Butylen-Styrol (SEBS) und oder Polyvinylchlorid-Nitrilbutadien (NBR/PVC) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder deren Verschnitte, und wobei als strahlungsabsorbierender Füller ein Pulver eines Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit mehr als 80Gew.-% vorgesehen ist, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:
  - 1. a: Dem Pulver des Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit einer Korngrößenverteilung von 20 µm bis 120 µm werden pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt, wobei als Zuschlagsstoffe Magnesium-Aluminium-Silikat, Zinkstereat, Silikonharzpulver, Strontiumcarbonat, Bariumcarbonat, -sulfat, Calzium-Wolframat, Gadoliniumoxisulfid, mit Zinndioxid dotiertes Bariumsulfat, Zink, Antimon, Elemente der Lathanoiden-Reihe oder Elemente der Actinoiden-Reihe oder deren Gemische vorgesehen sind.
  - 2. b: Das so gemischte Pulver wird in einem üblichen Mischaggregat mit dem Elastomer verknetet, wobei die Temperatur unter 180°C gehalten wird.
  - 3. c: Die verknetete Masse wird dem Mischaggregat entnommen und zur Abkühlung und zusätzlicher Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen.
  - 4. d: Die so gebildete Masse wird anschließend auf einer Streifenschneidvorrichtung in Streifen geschnitten, die durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz (Maschenweite: 5 μm bis 1000 μm, vorteilhaft 15 μm bis 35 μm – nicht mm) gepresst wird.
  - 5. e: Das so vorbereitete, gestrainte Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien weiterverarbeitet und ggf. nach Zumischen von für die Vulkanisation notwendigen Vernetzer vulkanisiert.

Priority Number:

| Application Number | Filed      | Original Title |
|--------------------|------------|----------------|
| DE1999001055192    | 1999-11-16 |                |

Extended Polymer Index:

Show extended polymer index

Related Accessions:

| Accession Number | Туре | Derwent<br>Update | Derwent Title |
|------------------|------|-------------------|---------------|
| C2001-136847     | С    |                   |               |
| 1 item found     |      |                   |               |

Title Terms:

PRODUCE ELASTOMER RADIATE PROTECT MATERIAL COMPRISE MIX HIGH ATOMIC WEIGHT METAL POWDER INORGANIC ADDITIVE INCORPORATE ELASTOMER

Pricing Current charges

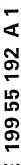
| Derwent Searches: | Boolean   Accession/Number   Advance | ₫ |
|-------------------|--------------------------------------|---|

Data copyright Thomson Derwent 2003

THOMSON

Copyright © 1997-2007 The Thomson Corporation

Subscriptions | Web Seminars | Privacy | Terms & Conditions | Site Map | Contact Us | Help





# BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES** PATENT- UND MARKENAMT

# Offenlegungsschrift <sub>10</sub> DE 199 55 192 A 1

Aktenzeichen:

199 55 192.8

Anmeldetag:

16, 11, 1999

(43) Offenlegungstag:

31. 5.2001

(51) Int. Cl. 7: G 21 F 1/10

> G 21 F 3/02 C 08 K 3/08 B 29 B 7/88 // C08L 7/00,9/00, 23/16,75/04,83/04, 31/04,27/06

(71) Anmelder:

Arntz Beteiligungs GmbH & Co. KG, 37671 Höxter,

(74) Vertreter:

Patentanwälte Meldau - Strauß - Flötotto, 33330 Gütersloh

(72) Erfinder:

Lange, Wolfgang, 33014 Bad Driburg, DE

## Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (54) Verfahren zur Herstellung eines Strahlungsschutzmaterials
- Um ein Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutz-(57) materials aus einem mit einem Füller aus einem Metall hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen versetzten Polymer so weiterzubilden, dass eine wirtschaftliche Herstellung eines Strahlenschutzmaterials mit homogener Verteilung der die Strahlung absorbierenden Bestandteile ermöglicht wird, werden dem Metall-/Metallverbindungspulver mit Korngrößen von 20 µm bis 120 µm pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt (Magnesiumaluminiumsilikat, Zinkstereat, Erdalkalicarbonate, -sulfate, -wolframate, Gadoliniumoxisulfid oder Elemente der Lathanoiden- bzw. Actinoiden-Reihe). Das Gemisch wird anschließend bei Temperatur unter 180°C mit dem Elastomer verknetet und danach zur Abkühlung und zusätzlicher Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen, in Streifen geschnitten und durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz (Maschenweite: 5 µm bis 1000 µm) gepresst. Dieses Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien weiterverarbeitet und ggf. vulkanisiert.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutzmaterials aus einem mit einem Füller versetzten Polymers gemäß dem Oberbegriff des Hauptanspruchs.

Strahlenschutzmaterialien bieten insbesondere Röntgenpersonal in Medizin und Technik Schutz gegen unerwünschte Strahlenbelasiung; als solche Schutzmaterialien werden elastische Matarialien eingesetzt, die mit Elementen hoher Ordnungszahl oder deren Verbindungen versetzt sind, 10 und die sich aufgrund ihrer elastischen Eigenschaften zu Schutzbekleidungen verarbeiten lassen; diesen Materialien ist zur Absorption von Röntgenstrahlung Blei zugesetzt, dessen guten Strahlungsabsorptions-Eigenschaften jedoch seine Giftigkeit nachteilig gegenübersteht. Ein zu einem 15 Schurz verarbeitetes Schutzmaterial beschreibt die US 5 247 182 A1. Dieser Schurz, der mit Befestigungsmitteln am Körper des zu untersuchenden Patienten befestigt wird, wird jedoch wegen seines großen Gewichts als hinderlich angesehen. Die US 5 278 219 A1 beschreibt eine flexi- 20 ble, hoch gefüllte Zusammensetzung, bestehend aus einem synthetischen thermoplastischen Elastomer wie Vinylacetat oder Verschnitte mit solcher Copolymere mit Ethylen-/Propylen-Elastomeren, dem als strahlungsabsorbierender Füller Kupfer, Blei, Zinn, Wolfram, Bleisulfid oder ein Gemisch 25 davon eingemischt ist, wobei der Füller mindestens 90 Gew.-% ausmacht. Dieses Füllmaterial liegt pulverförmig in einem Korngrößenbereich von 38 µm bis 150 µm vor. wobei Korngrößenverteilung und Teilchenform bedeutende Parameter sind, um die gewünschte Hexibilität bei maxima- 30 ler Füller-Menge zu erhalten, wobei diese Druckschrift nicht erkennen lässt, welche Maßnahmen getroffen werden müssen, um Zusammenballungen des metallischen Füllmaterials zu vermeiden und um dessen homogene Verteilung im Elastomer erreichen. Schließlich beschreibt die US 4 563 494 35 Al eine Zusammensetzung mit einem synthetischen Elastomer (auf der Basis von Methacrylat mit Bor-Zusatz) mit Bleizusatz zu Strahlenschutzzwecken, bei dem der Bor-Zusatz den Neutronenschutz verbessert. In dieser Druckschrift ist weiter das Verfahren zu dessen Herstellung angegeben. 40 Nach deren Inhalt wird auch hier Blei von seltenen Erden abgelöst, von denen zumindest eine seltene Erde als Verbindung in Form von Oxiden, Hydroxiden, Salzen anorganischer oder organischer Säuren und Komplex-Verbindungen eingesetzt wird. Zur Herstellung werden die zumindest eine 45 seltene Erde enthaltenden Verbindungen in einem elastomeren Bindungsmaterial aus der Gruppe mit zumindest einem Vinyl-Monomer, ausgewählt aus einer Acryl- oder Methacrylsäure oder deren Ester, Styrene und substituierten Styrene-Verbindungen umfassenden Gruppe, gelöst oder dis- 50 pergiert: diese Zubereitung wird dann mit einem anderen copolymerisierbaren Vinyl-Monomer und schließlich mit einem teilweise polymerisierten Produkt davon vermischt und darauf polymerisiert. Diese Lanthanoid-Verbindungen werden angeteigt in das Elastomer eingegeben und homogen feinverteilt, was bei niedrigviskosen Blastomeren - etwa PVC - möglich ist. Wie eine diese in einem nicht niedrigviskosen Elastomer feinverteilt und homogen eingegeben werden können, ist in der Druckschrift nicht offenbart.

Zur Gewichtsreduzierung gegenüber traditonellen Bleioder Bleivinylschurze schlägt die Europäische Patenanmeldung 0 371 699 ein leichteres Material mit äquivalenter Strahlungs-Absorption besonders im Bereich energiereicher Strahlung vor. Dessen Basismaterial ist ein Polymer mit 7 Gew.-% bis 30 Gew.-% eines polaren Elastomers, 0 Gew.-% bis 15 Gew.-% eines Weichmachers, und das als die Strahlung absorbierendes Material 70 Gew.-% bis 93 Gew.-% einer appranischen Zusammensetzung. Diese wird gebildet

von mindestens zwei Elementen oder deren Verbi ndungen angepasst an den Bereich der Energie, wobei Blei den höchsten Schutz bietet. Als Polymere werden thermoplastische Stoffe genannt, nämlich Copolymerisate von Ethylen mit mindestens einem Partner von Vinyl-Acrylat, Alkyl-Acrylat, Alkyl-Methacrylat, Glycidyl-Methacrylat, Acrylsäure. Methacrylsäure, Gemischen davon, Ionomere solcher Copolymere, die mit einem der vorstehend genannten Monomere und ethylenisierter, ungesättigter Carboxylsäure und -anhydriten und anderen Derivaten davon gebildet sind. Das polymere Basismaterial soll einen "flexural modul" (ASTM D-790) im Bereich von 1 MPa bis 100 MPa haben. Für die die Strahlung absorbierenden anorganischen Bestandteile werden Elemente mit höherer Ordnungszahl genannt, nämlich Actinoide, Antimon, Barium, Wismut, Brom, Cadmium, Cer, Caesium, Gold, Iod, Indium, Iridium, Lanthanoide, Blei, Quecksilber, Molybdän, Osminium, Platin, Pollonium, Rhenium, Rhodium, Silber, Strontium, Tantal, Thorium, Zinn, Wolfram, Uran und Zirkon. Dabei wird die Menge für jedes dieser zwei Elemente mit mindestens 5 Gew.-% angegeben. Zur Auswahl der Elemente wird deren Absorptionsvermögen herangezogen, so dass deren Absorptionscharakteristiken zumindest in dem Bereich des Strahlungsspektrums von 10 keV bis 200 keV zueinander komplimentär sind. Die spezifische Masse soll so ausgelegt sein, dass ein Bleiäquivalent von 0,1 mm erreicht wird. Die Dichte des gefüllten Materials liegt im Bereich von 2,8 g/cm3 bis 6,5 g/cm<sup>3</sup>. Die Zusammensetzung wird dadurch erhalten, dass die Bestandteile einem Schmelzmischer oder ähnlichen Einrichtungen (etwa Zwei-Walzen-Mischer, Banbury-Mischer, Farrel-Mischer, Buss-Kneter, Gelimat-Mischer o. dgl.) zugeführt werden. Das Gemisch wird dann durch Extrudieren, Kalendrieren, Formpressen o. dgl. in die gewünschte Form gebracht. Bei Zusammensetzungen mit hohem Metall-Gehalt ist es schwierig eine homogene Mischung zu erhalten; hier müssen intensiv arbeitende Mischaggregate eingesetzt werden. Hier kann es vorteilhaft sein, wenn zunächst konzentrierte Mischungen des Polymers mit dem Weichmacher und/oder den (metallischen) Füllern hergestellt werden, die dann durch Polymer-Zugabe "verdünnt" werden, ein Vorgehen, das bei zinnhaltigen Mischungen nicht anwendbar ist.

Nachteilig ist dabei, dass insbesondere metallische Füller sich nur ungenügend homogen in die Polymere einmischen lassen: diese Schwierigkeiten sind offenbar von den Dichte-Unterschieden und der Neigung zum Verklumpung solcher Füller bedingt. Durch diese Schwierigkeiten wird eine wirtschaftliche Herstellung eines solchen Strahlenschutzmaterials bis zur Unmöglichkeit erschwert. Aus den vorgenannten Druckschriften ergibt sich kein Hinweis darauf, wie Mischungen mit Blei-Ersatzstoffen im industriellen Maßstab wirtschaftlich so hergestellt werden können, dass diese Ersatzstoffe in feiner und gleichmäßiger Verteilung vorliegen.

Aus diesem Stand der Technik ergibt sich somit die Aufgabe, ein Verfahren so zu entwickeln, dass eine wirtschaftliche Herstellung eines Strahlenschutmaterials mit homogener Verteilung der die Strahlung absorbierenden Bestandteile in industrieller Produktion ermöglicht wird.

Diese Aufgabenstellung wird durch die im Anspruch 1 enthaltenen Merkmale gelöst; vorteilhafte Weiterbildungen und bevorzugte Ausführungsformen beschreiben die Unteransprüche.

Als Polymer wird – wie aus EP 0 371 699 bekannt – vorteilhaft ein thermoplastisches, vulkanisierbares Elastomer eingesetzt, wie Naturkautschuk (NR) und/oder Polychloropren (CR) und/oder Nitrilbutadien (NBR) und/oder Styrolbutadien-Kautschuk (SBR) und/oder Butadien-Kautschuk

4

und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder Polyurethan (PU) und/oder Isobutylen-Isopren-Kautschuk (CSM) und/oder Silikonkautschuk (VMO und MQ) und/oder Ethylen-Vinylacetat-Kautschuk (EVA) und/oder deren Verschnitte, oder aber ein nicht vulkanisierbares Elastomer wie Polypropylen/EPDM (PP/EPDM) und/oder Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol (SEBS) und/oder Polyvinylehlorid-Nitrilbutadien (NBR/PVC) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder deren Verschnitte.

Diesem Elastomer wird als strahlungsabsorbierender Füller ein Pulver eines Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit mehr als 80 Gew.-% zugesetzt; als solche sind – wie ebenfalls aus EP 0 371 699 vorbekannt – Antimon, Barium, Wismut, Brom, Cadmium, Cer, Caesium, Gold. Iod, Indium, Iridium, Blei, Quecksilber, Molybdän, Osminium, Platin, Pollonium, Rhenium, Rhodium, Silber, Strontium, Tantal, Thorium, Zinn, Wolfram, Uran, Zirkon, Elemente aus der Gruppe der Lanthanoide und Elemente aus der Gruppe der Actinoide. Die Korngrößenverteilung dieser Pulver liegt dabei im Bereich von von 20 µm bis 120 µm.

Diesem Pulver werden pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt. Als Zuschlagsstoffe sind Magnesium-Aluminium-Silikat, Zinkstereat, Silikonharzpulver, Strontiumcarbonat, Bariumcarbonat, -sulfat, Calzium-Wolframat, Gadoliniumoxisulfid, mit Zinndioxid dotiertes Bariumsulfat, 25 Zink, Antimon, Elemente der Lathanoiden-Reihe oder Elemente der Actanoiden-Reihe oder deren Gemische vorgesehen. Bei der Auswahl ist es vorteilhaft, ein Element oder dessen Verbindung auszuwählen, dessen Absorptionsspektrum dem des Pulvers korrespondiert. Die Feinheit des Korngrößenspektrums dieser Zuschlagstoffe entspricht mindestens dem des Pulvers. Durch dieses Pulver verlieren die Teilchen des Pulvers ihre Eigenschaft zu verklumpen, auch ist ihre Benetzbarkeit im Hinblick auf das Elastomer verbessert.

Das so gemischte Pulver wird in einem üblichen Mischaggregat mit dem Elastomer verknetet. Die beim Verkneten eingebrachte Arbeit läßt die Temperatur des Mischgutes ansteigen, die jedoch unter 180°C gehalten wird. Dieses Halten der Temperatur wird durch eine Kühlung mit einem ge- 40 eigneten Kühlsystem erreicht, wobei die in Wärme umgewandelte Mischarbeit von dem durch das Kühlsystem geführte Kühlmittel übernommen und abgeführt wird. Eine andere Möglichkeit besteht darin, die Drehzahl der Mischerwelle zu reduzieren; dadurch wird der Leistungs-Eintrag 45 verringert, so dass ein freier Wärme-Abfluss für das Halten der Temperatur ausreichend sein kann. Anschließend wird die verknetete Masse dem Mischaggregat entnommen und zur Abkühlung und zusätzlichen Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen. Die so gebildete Masse 50 wird anschließend auf einer Streifenschneidvorrichtung in Streifen geschnitten, die durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz gepresst werden. Dieser Siebeinsatz weist ein Sieb mit einer Maschenweite von 5 μm bis 1000 μm auf; vorteilhaft werden Siebe mit einer Maschenweite von 15 µm bis 55 35 µm eingesetzt. Das so vorbereitete, gestrainte Gemisch wird anschließend in an sich bekannter Weise zu Folien weiterverarbeitet und ggf. nach Zumischen von für die Vulkanisation notwendigen Vernetzer vulkanisiert. Zu dieser weiteren Verarbeitung eignen sich weiter Walzwerke, wie Kalan- 60 der, Rollerhead, Roller - die oder andere, geeignete Walz-

Vorteilhaft enthält das strahlungsabsorbierende Pulver ein Metall hoher Ordnungszahl z. B. Zinn oder dessen Verbindungen. Der Anteil des Zinn's liegt dabei im Bereich von 65 50 Gew.-% bis 100 Gew.-%. Erreicht der Zinnanteil 100%, ist das Pulver bleifrei, so dass Umweltgefährdungen bei Herstellung. Benutzung oder Recyclierung ausgeschlossen

werden können. Überraschend zeigt sich, dass das Vormischen mit diesen Zuschlagstoffen eine wirtschaftliche Verarbeitung des Pulvers mit dem sehr weichen und feinteiligen Pulver von Zinn oder Zinnverbindungen in Verbindung mit einem speziellen Mischverfahren ermöglicht. Dabei werden diese Zuschlagstoffe in einer Menge im Bereich von () Gew.-% bis 50 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Pulvers, zugesetzt; ein bevorzugter Bereich liegt bei einem Zusatz von 2 Gew.-% bis 20 Gew.-% Zuschlagstoffe.

Das eingesetzte Elastomer wird vor der Eingabe in das Mischaggregat bis zu 20 ME-50 ME (Moony) plastifiziert. Dieses "Vorplastifizieren" ermöglicht das Anfahren des Mischers. Dabei kann das Elastomer auch abgebaut werden: dieser Abbau wird vorteilhaft bis 10 bis 100 ME (Moony) durchgeführt. Im Mischaggregat selbst wird die Temperatur der zu mischenden Masse im Mischkammervolumen unter 180°C gehalten, vorteilhaft zwischen 50°C und 140°C. Dabei erfolgt das Halten der Temperatur durch Einstellung des durch das Kühlsystem fließenden Kühlmittelstromes und/ oder der Mischwellendrehzahl. Die Einstellung von Kühlmittelstrom und/oder Mischwellendrehzahl erfolgt in einer vorteilhaften Weiterbildung über einen Regelkreis, der mit einem die Temperatur der zu mischenden Masse aufnehmenden Temperaturfühler gekoppelt ist, und der auf ein den Kühlmittelstrom bzw. die Mischwellendrehzahl beeinflussendes Stellglied wirkt.

Füllungsgrades verkleinert. Diese Verkleinerung erfolgt dabei so lange, bis die Leistungsaufnahme für den Mischprozess über die der Leerlauf-Leistungsaufnahme ansteigt. Bei allen Mischaggregaten bedarf es zum Antrieb der Mischerwelle einer Leistung, die von der Leerlauf-Leistungsaufnahme bis zur Vollast ansteigt. Ein effektives Mischen ist nur dann gewährleistet, wenn die Leistungsaufnahme oberhalb der Leerlauf-Leistungsaufnahme liegt. Durch die Verkleinerung des Mischerkammervolumens wird die zu mischende Masse gezwungen, im Bewegungsbereich der Mischorgane zu verbleiben und nicht auszuweichen. Ublicherweise wird das Mischkammervolumen mittels eines Stempels verkleinert, der in das Mischkammervolumen formschlüssig so lange eingeführt wird, bis die Leistungsaufnahme der Mischerwelle über die Leerlauf-Leistungsaufnahme hinaus ansteigt. Die Verkleinerung des Mischkammervolumens wird aufgehoben, wenn die Leistungsaufnahme des Mischaggregats konstant geworden ist; diese Konstanz zeigt an, dass der Mischprozess abgeschlossen ist.

Bei einer ersten Ausführungsform des Verfahrens werden die vorgemischten Zuschlagstoffe portionsweise zugegeben. Dabei wird die nächste Portion jeweils dann zugegeben, wenn die Mischphase für die vorher zugegebenen Portion abgeschlossen ist. Der Abschluss der Mischphase ist in Abhängigkeit vom eingesetzten Mischertyp an folgenden Parametern zu erkennen:

- Konstanz der Leistungsaufnahme des Mischaggregates,
- Dem Mischaggregat zugeführte Arbeit,
- Konstanz der Temperatur des Mischgutes,
- Zeitablauf nach Erfahrungswerten,
- Mischerspezifische Erfahrungsparameter.

Bei einer zweiten Ausführungsform des Verfahrens werden die vorgemischten Zuschlagstoffe kontinuierlich zugegeben. Die Zugabegeschwindigkeit wird hier so bemessen, dass der Zeitraum der Zugabe länger ist als 1/4 der Verweilzeit der Masse im Mischaggregat. Vorteilhaft wird die Zugabe derart gesteuert, dass Leistungsaufnahme des Mischaggregats und Temperaturanstieg der zu mischenden Elastomer-Masse parallel verlaufen. Durch Einhaltung dieser Pa-

25

45

5

rameter ist eine die wirtschaftliche Produktion sicherstellende Zugabegeschwindigkeit erreichbar,

Die Erfindung wird an Hand der folgenden Verfahrensbeispiele näher erläutert, wobei sich die Gew-%-Angaben auf die fertige Mischung beziehen:

#### Beispiel 1

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,71 g/cm<sup>3</sup> und einem Strahlenabschirmfaktor von 2,80 mm 10 mit einem Elastomet auf Naturkautschuk-Basis, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 82,0 Gew.-% Zinnpulver 0,3 Gew.-% Zuschlagstoff I 5.0 Gew.-% Zuschlagstoff II vermischt und portionsweise in 12,0 Gew.-% Kautschuk (NR) der versetzt ist mit 0,3 Gew.-% Beschleuniger 0,4 Gew.-% Schwefel eingemischt.

#### Beispiel 2

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,41 g/cm<sup>3</sup> und einem Strahlenabschirmfaktor von 3,60 mm mit einem Elastomer auf der Basis eines Naturkautschuk- 30 /Synthesekautschuk-Gemischs, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 35 52,0 Gew.-% Zinnpulver 28,0 Gew.-% Zuschlagstoff I 6,5 Gew.-% Zuschlagstoff II vermischt und kontinuierlich in 12,5 Gew.-% Kautschuk (NR/BR) 40 der versetzt ist mit 0,4 Gew.-% Beschleuniger 0,6 Gew.-% Schwefel eingemischt.

## Beispiel 3

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von 3,63 g/cm<sup>3</sup> und einem Strahlenabschirmfaktor von 3.00 mm mit einem Elastomer auf Synthese-Kautschuk-Basis, mit 50 Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und mit dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden 60,0 Gew.-% Zinnpulver 6,0 Gew.-% Zuschlagstoff I 20.0 Gew.-% Zuschlagstoff II vermischt und kontinuierlich in 12.5 Gew.-% Kautschuk (SBR) 60 der versetzt ist mit 0,4 Gew.-% Beschleuniger 0,6 Gew.-% Schwefel eingemischt, 65

Beispiel 4

6

3,75 g/cm<sup>3</sup> und einem Strahlenabschirmfaktor von 2,90 mm mit einem Elastomer auf Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol Basis, mit Zinnpulver, mit dem Zuschlagstoff I (Erdalkaliwolframate) und mit dem Zuschlagstoff II (Oxide, Carbonate oder andere anorganische Verbindungen von Elementen der Lanthanoide-Reihe, etwa Gadolinium-Oxid oder Cercarbonat) werden

84,0 Gew.-% Zinnpulver 10,0 Gew.-% Zuschlagstoff I 6,0 Gew.-% Zuschlagstoff II vermischt und kontinuierlich in 10,0 Gew.-% TPR (SEBS/SBS) eingemischt.

Die nach den Beispielen 1 bis 4 erhaltenen Massen wer-15 den nach Durchgang durch einen Strainer zu Folien verarbeitet und anschließend zu den gewünschten Schurzen oder Umhängen o. dgl. konfektioniert.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Strahlenschutzmaterials aus einem mit einem Füller versetzten Polymers, wobei als Polymer ein synthetisches, thermoplastisches, vulkanisierbares Elastomer wie Naturkautschuk (NR) und/oder Polychloropren (CR) und/oder Nitrilbutadien (NBR) und/oder Styrolbutadien Kautschuk (SBR) und/oder Butadien-Kautschuk (BR) und/oder Ethylen-Propylen-Terpolymerisat (EPDM) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder Polyurethan (PU) und/oder Isobutylen-Isopren-Kautschuk (CSM) und/oder Silikon-Kautschuk (VMO und MQ) und/oder Ethylen-Vinylacetat-Kautschuk (EVA) und/ oder deren Verschnitte oder nicht vulkanisierbare Elastomere wie Polypropylen/EPDM (PP/EPDM) und/ oder Styrol-Ethylen-Butylen-Styrol (SEBS) und oder Polyvinylchlorid-Nitrilbutadien (NBR/PVC) und/oder Ethylen-Propylen-Copolymer (EPM) und/oder deren Verschnitte, und wobei als strahlungsabsorbierender Füller ein Pulver eines Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit mehr als 80 Gew.-% vorgesehen ist, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

a: Dem Pulver des Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen mit einer Korngrößenverteilung von 20 μm bis 120 μm werden pulverförmige Zuschlagstoffe zugemischt, wobei als Zuschlagsstoffe Magnesium-Aluminium-Silikat, Zinkstereat, Silikonharzpulver, Strontiumcarbonat, Bariumcarbonat, -sulfat, Calzium-Wolframat, Gadoliniumoxisulfid, mit Zinndioxid dotiertes Bariumsulfat, Zink, Antimon, Elemente der Lathanoiden-Reihe oder Elemente der Actinoiden-Reihe oder deren Gemische vorgesehen sind. b: Das so gemischte Pulver wird in einem üblichen Mischaggregat mit dem Elastomer verknetet, wobei die Temperatur unter 180°C gehalten wird. c: Die verknetete Masse wird dem Mischaggregat entnommen und zur Abkühlung und zusätzlicher Homogenisierung über gekühlte Walzwerke durchgelassen.

d: Die so gebildete Masse wird anschließend auf einer Streifenschneidvorrichtung in Streifen geschnitten, die durch einen Strainer mit einem Siebeinsatz (Maschenweite: 5 µm bis 1000 µm, vorteilhaft 15 μm bis 35 μm - nicht mm) gepresst

e: Das so vorbereitete, gestrainte Gemisch wird ancabliaRand in an aich

Für ein Strahlenschutzmaterial mit einer Dichte von

weiterverarbeitet und ggf. nach Zumischen von für die Vulkanisation notwendigen Vernetzer vulkanisiert.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Pulver des Metalls hoher Ordnungszahl oder dessen Verbindungen Zinn enthält, wobei der Anteil im Bereich von 50% bis 100% liegt.
- 3. Verfahren nach Anspruch I oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuschlagsstoffe in einer Menge im Bereich von 0 Gew.-% bis 50 Gew.-% zugesetzt wer- 10 den.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass das eingesetzte Elastomer vor der Eingabe in das Mischaggregat bis zu 20 ME-50 ME (Moony) plastifiziert wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Elastomer bis 10 ME bis 100 ME (Moony) abgebaut wird.

- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur im Mischvolumen des Mischaggregates unter 180°C im Bereich zwischen 50°C und 140°C gehalten wird, wobei das Halten der Temperatur durch Einstellen des Kühlwasserstromes und/oder der Mischwellendrehzahl erfolgt.
  7. Verfahren nach Ansprüch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Einstellen von Kühlwasserstrom und/oder Mischwellendrehzahl über einen Regelkreis erfolgt, der mit einem Temperaturfühler gekoppelt ist, und der auf ein den Kühlwasserstrom bzw. die Mischwellen-
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Mischkammer des Mischkammervolumens so verkleinert wird, dass die Leistungsaufnahme für den Mischprozess über die 35 Leerlauf-Leistungsaufnahme ansteigt.

drehzahl beeinflussendes Stellglied wirkt.

- 9. Verfahren nach Anspruch 8 dadurch gekennzeichnet, dass die Verkleinerung des Mischkammervolumens aufgehoben wird, wenn die Leistungsaufnahme des Mischaggregats konstant geworden ist.
- 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe der vorgemischten Zuschlagstoffe portionsweise erfolgt.
- 11. Verfahren nach Anspruch 8 und 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe einer weiteren Portion 45 des vorgemischten Füllers dann erfolgt, wenn die jeweilige Mischphase abgeschlossen ist.
- 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe der vorgemischten Zuschlagstoffe kontinuierlich erfolgt.
- 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabegeschwindigkeit so bemessen wird, dass der Zeitraum der Zugabe länger ist als 1/4 der Verweilzeit der Masse im Mischaggregat.
- 14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabegeschwindigkeit derart
  gesteuert wird, dass Leistungsaufnahme des Mischaggregats und Temperaturanstieg der zu mischenden Elastomer-Masse parallel verlaufen.

60